



11 Numéro de publication : 0 507 693 A1

(12)

# **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(21) Numéro de dépôt : 92400934.3

(51) Int. CI.5: A61K 9/113, A61K 7/00

22) Date de dépôt : 03.04.92

30 Priorité : 05.04.91 FR 9104209

(43) Date de publication de la demande : 07.10.92 Bulletin 92/41

84 Etats contractants désignés: AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LI NL PT SE

① Demandeur : L'OREAL 14, Rue Royale F-75008 Paris (FR) 72 Inventeur: Vesperini, Laurence
62, rue Nationale
F-75013 Paris (FR)
Inventeur: Fodor, Pierre
19, rue des Bures
F-92380 Garches (FR)
Inventeur: Pouget, Françoise
10, rue Commandant Jean Duhail
F-92120 Fontenay-sous-Bois (FR)

Mandataire: Casalonga, Axel et al BUREAU D.A. CASALONGA - JOSSE Morassistrasse 8 W-8000 München 5 (DE)

- (54) Composition cosmétique sous forme d'émulsion triple.
- 67 L'invention concerne une émulsion triple comportant :

(A) une phase aqueuse externe continue gélifiée et contenant au moins à titre de gélifiants un polymère ou copolymère d'acide acrylique ou méthacrylique, associé à un polyglycéryl méthacrylate;
 (B) une phase grasse dispersée dans la phase aqueuse externe; et une phase aqueuse (C) dispersé

dans la phase grasse.

Procédé de préparation d'une émulsion triple conformément à l'invention.

Application en cosmétique et dermatologie.

(235

La présente invention est relative à des compositions cosmétiques se présentant sous forme d'une émulsion triple, à leur procédé de fabrication et à leurs applications dans le domaine de la cosmétologie.

On utilise depuis de nombreuses années des émulsions en cosmétique, notamment pour les produits de traitement cosmétique de la peau. Ces émulsions sont généralement des émulsions huile-dans-eau ou eau-dans-huile (H/E) ou (E/H).

On a déjà décrit dans l'état de la technique des émulsions triples E/H/E ou H/E/H. De telles émulsions présentent cependant de nombreux problèmes tant au niveau de la fabrication qu'au niveau de leur stabilité dans le temps, notamnent lorsqu'on introduit dans ces émulsions des substances actives qui ont tendance à déstabiliser ces émulsions.

La demanderesse a découvert, ce qui fait l'objet de l'invention, une émulsion triple présentant des caractéristiques de stabilité et de toucher cosmétique particulièrement remarquables comprenant une phase aqueuse externe continue gélifiée, une phase grasse dispersée dans la phase externe aqueuse et une phase aqueuse interne dispersée dans ladite phase grasse. Cette émulsion triple permet en particuit r d'incorporer des matières actives cosmétiques ou dermatologiques dans des quantités supérieures par rapport à ce qu'il était possible d'introduire dans les émulsions de l'état de la technique sans pour autant entraîner une déstabilisation de l'émulsion.

L'invention a donc pour objet une émulsion triple présentant les caractéristiques définies ci-après.

Un autre objet de l'invention est constitué par le procédé de fabrication d'une telle émulsion.

L'invention a également pour objet l'application cosmétique de telles émulsions.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

D'autres objets de l'invention apparaîtront à la lecture de la description et des exemples qui suivent.

L'émulsion triple conforme à l'invention est essentiellement caractérisée par le fait qu'elle comporte (A) une phase aqueuse externe continue gélifiée et contenant au moins à titre de gélifiants un polymère ou copolymère d'acide acrylique ou méthacrylique, associé à un polyglycéryl méthacrylate; (B) une phase grasse dispersée dans la phase aqueuse externe et une phase aqueuse (C) dispersée dans la phase grasse.

Conformément à un mode de réalisation préféré de l'invention, la phase aqueuse externe gélifiée représente 40 à 60% en poids de l'émulsion totale, la phase grasse représentant 10 à 25% de l'émulsion totale.

Selon une forme de réalisation préférée de l'invention, on utilise une association de deux gélifiants dans la phase aqueuse externe, constitués d'une part, d'un sel de métal alcalin d'un copolymère acrylique vendu sous la dénomination HOSTACERINE PN 73 par la Société HOECHST et d'autre part, d'un polyglycéryl méthacrylate fabriqué sous la dénomination LUBRAGEL MS par la Société UNITED GUARDIAN INC.

La phase grasse comprend en particulier des huiles végétales, des huiles minérales ou synthétiques. On peut également introduire dans cette phase grasse des cires et/ou des huiles de silicone.

Une forme de réalisation préférée est constituée par l'utilisation dans la phase grasse d'une huile perfluoré en particulier un perfluoropolyéther répondant à la formule :

$$CF_3$$
—  $(O-CF-CF_2)_n$ —  $(O-CF_2)_m$  —  $OCF_3$ 

dans laquelle n et m sont des nombres entiers tels que le poids moléculaire soit compris entre 100 et 10000, le rapport n/m étant compris entre 20 et 40.

Les produits utilisables en particulier dans le cadre de l'invention sont constitués par les produits vendus sous la dénomination FOMBLIN HC, vendus et fabriqués par la Société MONTEFLUOS, Milan, Italie et en particulier les produits FOMBLIN HC/04, FOMBLIN HC/25, FOMBLIN HC/R.

L'émulsion triple conforme à l'invention contient une ou plusieurs substances actives dans des proportions pouvant aller jusqu'à 20% en poids par rapport au poids de l'émulsion totale. Ces substances actives peuvent être constituées notamment par des filtres solaires UV-A, UV-B ou à bande large, par des extraits naturels protéinés tels que les produits à base de collagène, de préférence d'origine marine.

Les émulsions triples contiennent par ailleurs des émulsifiants utilisés pour la réalisation des émulsions eau-dans-huile (E/H) et huile-dans-eau (H/E) .

Selon un mode de réalisation préféré du procédé de l'invention, on prépare, dans un premier temps, une émulsion E/H en ajoutant une phase aqueuse à la phase grass pour l'obtention d'une émulsion E/H, suivie, dans un deuxième temps, par la réalisation de l'émulsion triple par addition de l'émulsion E/H ainsi obtenue à une seconde phase aqueuse gélifiée qui constitue la phase aqueuse externe de l'émulsion.

L'émulsifiant utilisé pour réaliser l'émulsion E/H comporte de préférence un mélange d'oléate de sorbitan, de lécithin et comme co-'mulsifiant un copolymère de dodécyl glycol avec de l'oxyde d'éthylène, tel que plus particulièrement le produit vendu sous la dénomination ELFACOS ST37 par la Société AKZO.

La seconde phase aqueuse gélifiée comporte un émulsifiant choisi de préférence parmi les esters de sucrose.

L'addition des substances actives et des adjuvants habituels tels que parfums, conservateurs, peut être effectuée après réalisation de l'émulsion triple.

Les agents gélifiants utilisés dans la phase aqueuse externe représentent généralement 0,1 à 4,0% en poids par rapport au poids total de l'émulsion triple, et de préférence 0,2 à 2,5% en poids.

Dans les compositions sous forme d'émulsion selon l'invention, on peut prévoir des rapports pondéraux lécithine/oléate compris entre environ 4/2 et 8/2, et de préférence égaux à environ 5/2 et des rapports pondéraux co-émulsifiant copolymère/oléate compris entre 0,2/2 et 1/2, et de préférence égaux à 0,375/2.

Comme déjà indiqué ci-dessus, les compositions sous forme d'émulsions triples conformes à l'invention, présentent des propriétés cosmétiques particulièrement remarquables, notamment au niveau du toucher, ce qui permet de les utiliser comme bases pour appliquer des substances actives cosmétiques sur la peau.

Ces émulsions présentent par ailleurs des caractéristiques de stabilité parfaitement acceptables dans les conditions habituelles de stockage des produits cosmétiques.

Ces émulsions peuvent notamment être utilisées dans des crèmes protectrices, des crèmes dites "barrière", ou bien des compositions pour prévenir des irritations de la peau. Elles peuvent être utilisées dans des produits de traitement cosmétique des matières kératiniques, tels que des crèmes diverses pour produits solaires, fonds de teint, crèmes de jours, etc...

Ces émulsions peuvent également être utilisées dans les applications dematologiques comme supports pour des agents actifs utilisés en dermatologie.

L'exemple suivant est destiné à illustrer l'invention sans pour autant présenter un caractère limitatif.

#### **EXEMPLE**

5

15

20

# PHASE GRASSE (B)

	Palmitate d'octyle	7,00	%
30	Beurre de karité	1,50	
35	Copolymère séquencé comprenant 22 motifs d'oxyde d'éthylène et 9 motifs de dodécylglycol (ELFACOS ST 37)	0,20	
	Diméthicone* (polydiméthylsiloxane)	3,00	
40	Perfluoropolyméthylisopropyléther (FOMBLIN HC/25)	1,00	
45	Oléate de sorbitan (SPAN 80 vendu par la Société ICI)	2,00	
	Lécithine hydrogénée naturelle	5,00	
50	Tocophérol	0,20	
	Paraméthoxycinnamate de 2-éthylhexyle (PARSOL MCX vendu par la Société GIVAUDAN)	0.50	
55	Parahydroxybenzoate de propyle	0,50	

# PHASE AQUEUSE I (C)

Sorbate de potassium 0, 10 Eau 20,00 Protéine animale hydrolysée 10,00

# PHASE AQUEUSE II (A)

5

30

35

40

45

55

	Copolymère acrylate de sodium/acrylamide (HOSTACERINE PN 73)	0,25
15	Polyglycéryl méthacrylate (LUBRAGEL MS)	2,00
•	Méthyl gluceth-20 sesquistéarate*	1,50
20	Glycérine	4,00
	Parahydroxybenzoate de méthyle	0,25
25	Eau	36,80

\* Dénominations CTFA Dictionary.

On prépare l'émulsion triple ci-dessus de la manière suivante :

a) on prépare une émulsion E/H par ajout vers 60°C de la phase aqueuse C à la phase grasse B sous turbo-agitateur;

b) on ajoute l'émulsion E/H ainsi obtenue à la seconde phase aqueuse gélifiée A.

On ajoute ensuite les substances actives et adjuvants suivants :

Collagène 2.00
Parfum 0.30
Imidazolidinyl urée 2.00
Eau 2.00

### Revendications

- 1. Emulsion triple caractérisée par le fait qu'elle comporte :
  - (A) une phase aqueuse externe continue gélifiée et contenant au moins à titre de gélifiants un polymère ou copolymère d'acide acrylique ou méthacrylique, associé à un polyglycéryl méthacrylate;
  - (B) une phase grasse dispersée dans la phase aqueuse externe; et une phase aqueuse (C) dispersée dans la phase grasse.
- 2. Emulsion selon la revendication 1, caractérisée par le fait que la phase aqueuse externe gélifiée représente 40 à 60% en poids de l'émulsion totale, la phase grasse représentant 10 à 25% de l'émulsion totale.
  - 3. Emulsion selon la revendication 1 ou 2, caractérisée par le fait que les gélifiants utilisés dans la phase aqueuse externe sont constitués, d'une part, d'un sel de métal alcalin d'un copolymère acrylique et, d'autre part, d'un polyglycéryl méthacrylate.
  - 4. Emulsion selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée par le fait que la phase grasse comprend des huiles végétales, des huiles minérales ou synthétiques.

- Emulsion selon la revendication 4, caractérisée par le fait que la phase grasse comporte en outre des cires et/ou des huiles de silicone.
- **6.** Emulsion selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisée par le fait que la phase grasse contient une huile perfluorée.
- 7. Emulsion selon la revendication 6, caractérisée par le fait que l'huile perfluorée est un perfluoropolyéther répondant à la formule :

$$CF_3$$
—  $(O - CF - CF_2)_n$ —  $(O - CF_2)_m$  —  $OCF_3$ 

5

15

25

30

35

40

55

- dans laquelle n et m sont des nombres entiers tels que le poids moléculaire soit compris entre 100 et 10000, le rapport n/m étant compris entre 20 et 40.
- 8. Emulsion selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisée par le fait que la phase grasse contient un co-émulsifiant constitué par un copolymère de dodécylglycol avec l'oxyde d'éthylène.
- 9. Emulsion selon l'une quelconque des revendications 6 à 8, caractérisée par le fait que la phase grasse contient, en combinaison, une huile perfluorée et un co-émulsifiant constitué par un copolymère de do-décylglycol avec l'oxyde d'éthylène.
  - 10. Emulsion selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisée par le fait qu'elle comprend 0,1 à 4,0% en poids d'agents gélifiants et de préférence 0,2 à 2,5% en poids, par rapport au poids total de l'émulsion.
  - 11. Emulsion selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisée par le fait que la phase grasse contient des émulsifiants constitués par l'oléate de sorbitan et la lécithine, dans des rapports pondéraux lécithine/oléate compris entre 4/2 et 8/2, et de préférence égaux à 5/2.
  - 12. Emulsion selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisée par le fait que la phase aqueuse externe gélifiée contient un ester de sucrose à titre d'émulsifiant.
  - 13. Emulsion selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, caractérisée par le fait qu'elle contient jusqu'à 20% en poids, par rapport au poids total de l'émulsion, de substances actives cosmétologiques ou dermatologiques.
    - 14. Procédé de préparation d'une émulsion triple selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que, dans un premier temps, on réalise une émulsion eau-dans-huile en ajoutant une phase aqueuse à une phase grasse pour obtenir une émulsion eau-dans-huile et qu'on réalise ensuite, dans un deuxième temps, l'émulsion triple par addition de l'émulsion eau-dans-huile ainsi obtenue à une seconde phase aqueuse gélifiée contenant à titre de gélifiants un polymère ou copolymère d'acide acrylique ou méthacrylique associé à un polyglycéryl méthacrylate.
- 15. Procédé selon la revendication 14, caractérisé par le fait qu'on introduit dans la phase grasse une huile perfluorée.
  - **16.** Procédé selon la revendication 14, caractérisé par le fait qu'on introduit dans la phase grasse un co-émulsifiant constitué par un copolymère de dodécylglycol et d'oxyde d'éthylène.
- 17. Procédé selon l'une quelconque des revendications 14 à 16, caractérisé par le fait qu'on introduit dans la phase grasse, en combinaison, une huile perfluorée et un co-émulsifiant constitué par un copolymère de dodécylglycol et d'oxyde d'éthylène.
  - 18. Procédé selon l'une quelconque des revendications 14 à 17, caractérisé par le fait que l'on utilise comme émulsifiants pour réaliser l'émulsion eau-dans-huile, un mélange d'oléate de sorbitan et de lécithine.
  - 19. Procédé selon l'une quelconque des revendications 14 à 18, caractérisé par le fait qu'on ajoute, dans la phase aqueuse gélifiée, à titre d'émulsifiant, un ester de sucrose.

- 20. Procédé selon l'une quelconque des revendications 14 à 19, caractérisé par le fait que l'on introduit au moins une substance active après réalisation de l'émulsion triple.
- 21. Composition cosmétique destinée à être appliquée sur la peau, caractérisée par le fait qu'elle comporte au moins une émulsion triple telle que définie dans l'une quelconque des revendications 1 à 13.
- 22. Composition destinée à être utilisée en dermatologie et contenant des agents dermatologiquement actifs, caractérisée par le fait que son support est constitué par une émulsion triple telle que définie dans l'une quelconque des revendications 1 à 13.



# RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE Numero de la demande

92 40 0934

tégorie	Citation du document avec des parties pe		esoin,	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
, P	EP-A-0 422 984 (YVES S * page 2, ligne 25 - 1		FUMS)	1-22	A61K9/113 A61K7/00
	EP-A-0 345 075 (UNILEV			1-22	
	WO-A-9 100 106 (SOCIETI PRODUITS POUR LES INDU * page 3 - page 6 *			1-22	
		- <b></b>			
					,
					DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
					A61K
		·			
		· .			
	ésent rapport a été établi pour to	outes les revendications	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·		
Lies de la recherche Date d'achdyement BERLIN 06 MAI			AVENT	Examinatew KIAN P. F.	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un			E : document de b	cipe à la base de l'in revet antérieur, mais ou après cette date mande	vention publié à la

O : divuigation non-écrite P : document intercalaire

& : membre de la même famille, document correspondant

# THIS PAGE BLANK (USPTO)